

10/532473
532,493

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004年5月27日 (27.05.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/044259 A1

(51) 国際特許分類⁷:
C22F 1/18, B21J 1/02, 5/00

(ODA,Kunihiro) [JP/JP]; 〒319-1535 茨城県 北茨城市
華川町臼場187番地4 株式会社日鉄マテリアルズ 磐
原工場内 Ibaraki (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/009574

(74) 代理人: 小越 勇 (OGOSHI,Isamu); 〒105-0002 東京都
港区 愛宕一丁目2番2号 虎ノ門9森ビル3階 小越国際
特許事務所 Tokyo (JP).

(22) 国際出願日: 2003年7月29日 (29.07.2003)

(81) 指定国(国内): CN, KR, US.

(25) 国際出願の言語: 日本語

(84) 指定国(広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY,
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

(26) 国際公開の言語: 日本語

添付公開書類:
— 國際調査報告書
— 補正書・説明書

(30) 優先権データ:
特願 2002-329186
2002年11月13日 (13.11.2002) JP

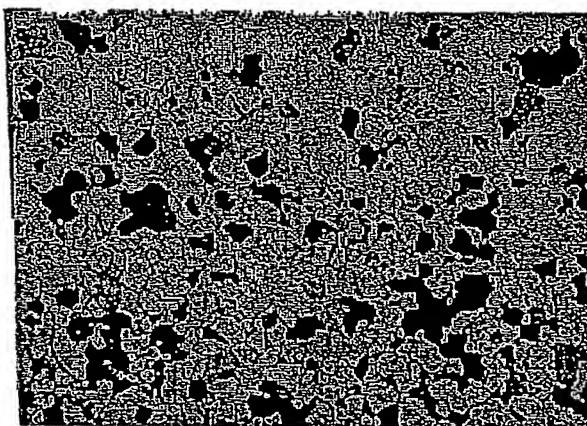
2文字コード及び他の略語については、定期発行される
各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社
日鉄マテリアルズ (NIKKO MATERIALS CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒105-8407 東京都 港区 虎ノ門二丁目10番1
号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 小田 国博

(54) Title: Ta SPUTTERING TARGET AND METHOD FOR PREPARATION THEREOF

(54) 発明の名称: Taスパッタリングターゲット及びその製造方法



(57) Abstract: A method for preparing a Ta sputtering target wherein a Ta ingot or billet formed by melting and casting is subjected to forging, annealing, rolling and the like to prepare a sputtering target, characterized in that it comprises forging the ingot or billet and then subjecting it to recrystallization annealing at a temperature of 1373K to 1673K. The method allows the preparation of a target composed of crystal grains being fine and having uniform diameters through the improvement of the forging step and the heat treatment step, which leads to stable production of a Ta sputtering target exhibiting excellent characteristics.

(57) 要約: 溶解铸造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼純、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K～1673Kの温度で再結晶焼純することを特徴とするTaスパッタリ

ングターゲットの製造方法。鍛造工程及び熱処理工程を改良・工夫することにより、結晶粒径を微細かつ均一にし、特性に優れたTaスパッタリングターゲットを安定して製造できることを課題とする。

WO 2004/044259 A1

BEST AVAILABLE COPY

明細書

5 Taスパッタリングターゲット及びその製造方法

技術分野

この発明は、溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法及びそれによって得られたTaスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

近年、エレクトロニクス分野、耐食性材料や装飾の分野、触媒分野、切削・研磨材や耐摩耗性材料の製作等、多くの分野に金属やセラミックス材料等の被膜を形成するスパッタリングが使用されている。

スパッタリング法自体は上記の分野で、よく知られた方法であるが、最近では、特にエレクトロニクスの分野において、複雑な形状の被膜の形成や回路の形成に適合するTaスパッタリングターゲットが要求されている。

一般に、このTaターゲットは、Ta原料を電子ビーム溶解・鋳造したインゴット又はビレットの熱間鍛造、焼鈍（熱処理）を繰り返し、さらに圧延及び仕上げ（機械、研磨等）加工してターゲットに加工されている。このような製造工程において、インゴット又はビレットの熱間鍛造は、鋳造組織を破壊し、気孔や偏析を拡散、消失させ、さらにこれを焼鈍することにより再結晶化し、組織の緻密化と強度を高めることができる。

25 このようなターゲットの製造方法において、通常再結晶焼鈍は1173K(900°C)程度の温度で実施されている。従来の製造方法の一例を次に示す。

まず、タンタル原料を電子ビーム溶解後、鋳造してインゴット又はビレットとし、次に冷間鍛造-1173Kでの再結晶焼鈍-冷間鍛造-1173Kでの再結晶焼鈍-冷間圧延-1173Kでの再結晶焼鈍-仕上げ加工を行ってターゲット材とする。このTaターゲットの製造工程において、一般に溶解鋳造されたインゴット又はビレットは、50mm以上の結晶粒径を有している。

インゴット又はピレットの熱間鍛造と再結晶焼鈍により、鋳造組織が破壊され、
おおむね均一かつ微細（100 μm以下の）結晶粒が得られるが、従来の鍛造と
5 焼鈍による製造方法では、円盤上の中央部から周縁にかけて、皺（しわ）状ある
いは筋状の模様が発生するという問題があった。

図2はターゲットの表面の概観を示す図であるが、数本から10数本の黒ずん
だ模様が現われている。この部分の結晶粒の顕微鏡組織を図3に示す。結晶の粒
径にそれほどの差異はないが、通常の組織の中に一部、皺状に集合した異相の結
10 晶粒が観察された。

一般に、スパッタリングを実施する場合、ターゲットの結晶が細かくかつ均一
であるほど均一な成膜が可能であり、アーキングやパーティクルの発生が少なく、
安定した特性を持つ膜を得ることができる。

したがって、鍛造、圧延及びその後の焼鈍において発生する上記のようなタ
15 ゲット中の不規則な結晶粒の存在は、スパッタレートを変化させるので、膜の均
一性（ユニフォーミティ）に影響を与え、またアーキングやパーティクルの発生
を促し、スパッタ成膜の品質を低下させるという問題が発生する可能性がある。

また、歪みが残存する鍛造品をそのまま使用することは品質の低下を引き起こ
すので、極力避けなければならない。

20 以上から、従来の鍛造及び焼鈍では、Taスパッタリングターゲットに不規則
な結晶粒が発生し、膜の性質を低下させるという問題があった。

発明の開示

本発明は、上記の問題を解決するために、鍛造工程及び熱処理工程を改良・工
25 夫することにより、結晶粒径を微細かつ均一にし、特性に優れたTaスパッタリ
ングターゲットを安定して製造できる方法を得ることを課題とする。

本発明は、

1. 溶解鍛造したTaインゴット又はピレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等により
スパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はピレット
30 を鍛造した後に1373K～1673Kの温度で再結晶焼鈍することを特徴と
するTaスパッタリングターゲットの製造方法

2. 鍛造と 1373K～1673K の温度での再結晶焼鈍を少なくとも 2 回繰返すことを特徴とする上記 1 記載の Ta スパッタリングターゲットの製造方法
- 5 3. 1373K～1673K の温度での再結晶焼鈍を行う鍛造又は圧延後の再結晶化焼鈍を、再結晶開始温度～1373K の間で行うことを特徴とする上記 1 又は 2 記載の Ta スパッタリングターゲットの製造方法
- 10 4. 最終圧延加工後、再結晶開始温度～1373K の間で再結晶焼鈍し、さらにターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とする上記 1～3 のそれぞれに記載の Ta スパッタリングターゲットの製造方法
5. 圧延した後、結晶均質化焼鈍又は歪取り焼鈍を行うことを特徴とする上記 4 に記載の Ta スパッタリングターゲットの製造方法
- 15 6. ターゲットの平均結晶粒径を 80 μm 以下の微細結晶粒とすることを特徴とする上記 1～5 のそれぞれに記載の Ta スパッタリングターゲットの製造方法
7. ターゲットの平均結晶粒径を 30～60 μm の微細結晶粒とすることを特徴とする上記 1～5 のそれぞれに記載の Ta スパッタリングターゲットの製造方法
- 20 8. ターゲットの表面又は内部に筋状又は塊状の不均質なマクロ組織が存在しないことを特徴とする上記 1～7 のそれぞれに記載の Ta スパッタリングターゲットの製造方法及び同方法によって得られた Ta スパッタリングターゲットを提供する。

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明の鍛造及び再結晶焼鈍を施して得た Ta ターゲットの顕微鏡組織写真を示す。図 2 は、従来の鍛造及び再結晶焼鈍を施して得た Ta ターゲットの概観組織写真を示す。図 3 は、従来の鍛造及び再結晶焼鈍を施して得た Ta ターゲットの顕微鏡組織写真を示す。

発明の実施の形態

本発明のスパッタリングターゲットは、次のような工程によって製造する。

5 その具体例を示すと、まずタンタル原料（通常、4N 5N以上の高純度Taを使用する）を電子ビーム溶解等により溶解し、これを鋳造してインゴット又はビレットを作製する。次に、このインゴット又はビレットを冷間鍛造、圧延、焼鈍（熱処理）、仕上げ加工等の一連の加工を行う。製造工程は従来技術とほぼ同様であるが、特に重要なことは、再結晶焼鈍（熱処理）を1373K～16710Kの温度で実施することである。

鍛造によって、鋳造組織を破壊し、気孔や偏析を拡散あるいは消失することができ、さらにこれを焼鈍することにより再結晶化させ、この冷間鍛造と再結晶焼鈍により、組織の緻密化と強度を高めることができるが、特に再結晶焼鈍を1373K～1673Kの高温で実施することにより、従来技術で発生した筋状の模様を完全に消失させることができた。

したがって、図1に示すターゲット表面の、結晶粒の顕微鏡組織のように、周辺の通常結晶組織の中に、皺状に集合した異相の結晶粒が観察されることはなく、均一なターゲット組織が得られた。

従来技術の製造工程で発生した、皺状に集合した異相の結晶粒の発生原因を調べてみると、熱間鍛造とその後の再結晶焼鈍を実施しても、インゴット又はビレット内の一次結晶粒（50mm程度の）が残存し、1173K（900°C）程度の再結晶温度では単に一次結晶粒の中に再結晶粒が発生しているように見える。

すなわち、鍛造によって一次結晶粒は押し潰され、殆ど消失するように見えるが、その後の1173K程度の再結晶化温度では、一次結晶の破壊が完全ではなく、一部、一次結晶痕跡が残存すると考えられる。

これはその後の鍛造と再結晶焼鈍でも消失することがなく、最終的に仕上げ加工した段階で、皺状に集合した異相の結晶粒となったものと考えられる。

以上から、鍛造によって鋳造組織を破壊するとともに、再結晶化を十分に行うことが必要であることが分かった。このため本発明において、溶解鋳造したTa 5 インゴット又はピレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等により加工する際、インゴット又はピレットを鍛造した後に1373K～1673Kの温度で再結晶焼鈍するものである。

これによって、Taターゲットに皺状に集合した異相の結晶粒の発生を無くし、膜の均一性（ユニフォーミティ）を良好にし、またアーキングやパーティクルの発生を抑制し、スパッタ成膜の品質を向上させることができた。

本発明の通常の製造工程としては、例えばタンタル原料（純度4N5以上）を電子ビーム溶解後、鋳造してインゴット又はピレットとし、次にこれを冷間鍛造－1373K～1673Kの温度での再結晶焼鈍－冷間鍛造－1373K～1673Kの温度での再結晶焼鈍－冷間鍛造－再結晶開始温度～1373Kの間での再結晶焼鈍－冷間（熱間）圧延－再結晶開始温度～1373Kの間での再結晶焼鈍での再結晶焼鈍－仕上げ加工を行ってターゲット材とする。

上記の加工プロセスにおいて、1373K～1673Kの温度での再結晶焼鈍は1回でも良いが、2回繰返すことによって前記皺状の欠陥を効果的に減少させることができる。1373K未満の温度では、上記皺状の欠陥をなくすことが困難であり、また1673Kを超えると異常粒成長が起こり、粒径不均一となるので1673K以下とするのが望ましい。

上記1373K～1673Kの温度での再結晶焼鈍を行って上記皺状の欠陥を除去した後については、鍛造又は圧延後の再結晶化焼鈍を再結晶開始温度～1373Kの間で行うことができる。

最終圧延加工後、再結晶開始温度～1373Kの間で再結晶焼鈍し、これをターゲット形状に仕上げ加工（機械加工等を）することができる。

以上の工程により、Taターゲットの皺状の欠陥を消失させ、かつ平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒、さらには30～60μmの微細結晶粒を持つ均一性に優れたTaターゲットを得ることができる。

実施例及び比較例

次に、実施例について説明する。なお、本実施例は発明の一例を示すための
5 ものであり、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。すなわち、
本発明の技術思想に含まれる他の態様及び変形を含むものである。

(実施例 1)

純度 99.997 % のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚
さ 200 mm、直徑 200 mm ϕ のインゴット又はビレットとした。この場合
10 の結晶粒径は約 55 mm であった。次に、このインゴット又はビレットを室温
で伸ばした後、1500 K の温度での再結晶焼鈍した。これによって平均結晶
粒径が 200 μm の組織を持つ厚さ 100 mm、直徑 100 mm ϕ の材料が得
られた。

次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、再び 1480 K 温度で再結晶
15 焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が 100 μm の組織を持つ厚さ 1
00 mm、直徑 100 mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを冷間こねくり鍛造と 1173 K の再結晶焼鈍を行い、次いで再
度冷間圧延と 1173 K での再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ 10 mm、
直徑 320 mm ϕ のターゲット材とした。

20 以上の工程により、皺状の欠陥が無く、かつ平均結晶粒径 60 μm の微細結晶
粒を持つ均一性に優れた Ta ターゲットを得ることができた。また、この実施例
1 で得られた Ta ターゲットの顕微鏡写真は、図 1 と同様な結晶構造を持つもの
であった。

この Ta ターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性
25 (ユニフォーミティ) が良好であり、8 インチウエハーで膜厚バラツキ 5 %、
またアーキングやパーティクルの発生が無く、スパッタ成膜の品質を向上させ
ることができた。

(実施例 2)

純度 99.997% のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚さ 200 mm、直径 200 mm ϕ のインゴット又はピレットとした。この場合の結晶粒径は約 50 mm であった。次に、このインゴット又はピレットを室温で冷間鍛伸した後、1500 K の温度での再結晶焼鈍した。これによって平均結晶粒径が 200 μm の組織を持つ厚さ 100 mm、直径 100 mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、1173 K 温度で再結晶焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が 80 μm の組織を持つ厚さ 100 mm、直径 100 mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを冷間こねくり鍛造と 1173 K の再結晶焼鈍を行い、次いで再度冷間圧延と 1173 K での再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ 10 mm、直径 320 mm ϕ のターゲット材とした。

以上の工程により、皺状の欠陥が無く、かつ平均結晶粒径 35 μm の微細結晶粒を持つ均一性に優れた Ta ターゲットを得ることができた。実施例 2 で得られた Ta ターゲットの顕微鏡写真は、図 1 と同様な結晶構造を持つものであった。

この Ta ターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性 (ユニフォーミティ) が良好であり、8 インチウエハーで膜厚バラツキ 5%、またアーキングやパーティクルの発生が無く、スパッタ成膜の品質を向上させることができた。

(実施例 3)

純度 99.997% のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚さ 200 mm、直径 300 mm ϕ のインゴット又はピレットとした。この場合の結晶粒径は約 50 mm であった。次に、このインゴット又はピレットを室温で冷間鍛伸した後、1500 K の温度での再結晶焼鈍した。これによって平均結晶粒径が 250 μm の組織を持つ厚さ 100 mm、直径 100 mm ϕ の材料が得られた。

5 次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、1173K温度で再結晶焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が80μmの組織を持つ厚さ100m
m、直径100mmの材料が得られた。

10 次に、これを冷間こねくり鍛造と1173Kの再結晶焼鈍を行い、次いで再度冷間圧延と1173Kでの再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径320mmのターゲット材とした。

15 以上の工程により、皺状の欠陥が無く、かつ平均結晶粒径50μmの微細結晶粒を持つ均一性に優れたTaターゲットを得ることができた。実施例3で得られたTaターゲットの顕微鏡写真は、図1と同様な結晶構造を持つものであった。

20 このTaターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性(ユニフォーミティ)が良好であり、8インチウエハーで膜厚バラツキ6%、またアーキングやパーティクルの発生が無く、スパッタ成膜の品質を向上させ
15 ることができた。

(比較例1)

25 実施例1と同様の純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚さ200mm、直径200mmのインゴット又はビレットとした。この場合の結晶粒径は約55mmであった。次に、このインゴット又
20 はビレットを室温で冷間こねくり鍛造した後、1173Kの温度での再結晶焼鈍した。これによって平均結晶粒径が180μmの組織を持つ厚さ100mm、直径100mmの材料が得られた。

30 次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、再び1173K温度で再結晶焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が80μmの組織を持つ厚さ100mm、直径100mmの材料が得られた。

35 次に、これを冷間圧延と1173Kでの再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径320mmのターゲット材とした。

40 以上の工程により得たTaターゲットの中心部から周辺部にかけて皺状の多数の痕跡が見られ、異相の結晶組織を持つTaターゲットとなった。また、この比較例1で得られたTaターゲットの顕微鏡写真は、図3と同様な結晶構造を持つものであった。

このTaターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性(ユニフォーミティ)が悪く、8インチウェハーで膜厚バラツキ10%、また5アーキングやパーティクルの発生があり、スパッタ成膜の品質を低下させる原因となった。

発明の効果

本発明は、Taスパッタリングターゲットの製造方法において、材料インゴット又はピレットの鍛造、再結晶焼鈍、圧延加工等を行って結晶粒を調整するとともに、ターゲット中に繊状に集合した異相の結晶粒の発生を無くし、また膜の均一性(ユニフォーミティ)を良好にすると共に、アーキングやパーティクルの発生を抑制し、スパッタ成膜の品質を向上させることができるという優れた効果を有する。

請求の範囲

- 5 1. 溶解鋳造したTaインゴット又はピレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等により
スパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はピレット
を鍛造した後に1373K～1673Kの温度で再結晶焼鈍することを特徴と
するTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 10 2. 鍛造と1373K～1673Kの温度での再結晶焼鈍を少なくとも2回繰
返すことを特徴とする請求の範囲第1項記載のTaスパッタリングターゲット
の製造方法。
- 15 3. 1373K～1673Kの温度での再結晶焼鈍に行う鍛造又は圧延後の再
結晶化焼鈍を、再結晶開始温度～1373Kの間で行うことを特徴とする請求の
範囲第1項又は第2項記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
4. 最終圧延加工後、再結晶開始温度～1373Kの間で再結晶焼鈍し、さらに
ターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とする請求の範囲第1項～第3項
のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
5. 圧延した後、結晶均質化焼鈍又は歪取り焼鈍を行うことを特徴とする請求の
範囲第4項に記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 20 6. ターゲットの平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒とすることを特徴と
する請求の範囲第1項～第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲ
ットの製造方法。
7. ターゲットの平均結晶粒径を30～60μmの微細結晶粒とすることを特徴と
する請求の範囲第1項～第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリングタ
25 ゲットの製造方法。
8. ターゲットの表面又は内部に筋状又は塊状の不均質なマクロ組織が存在しな
いことを特徴とする請求の範囲第1項～第7項のそれぞれに記載のTaスパッ
タリングターゲットの製造方法及び同方法によって得られたTaスパッタリン
グターゲット。

補正書の請求の範囲

[2003年12月9日(09.12.03)国際事務局受理:
出願当初の請求の範囲1は取り下げられた;出願当初の請求の範囲2、3、4、6、7及び
10は補正された;新しい請求の範囲8及び9が加えられた。]

- 5 1. (削除)
2. (補正後) 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍し、鍛造と1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍を少なくとも2回繰返すことを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 10 3. (補正後) 1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍に行う鍛造又は圧延後の再結晶化焼鈍を、再結晶開始温度~1373Kの間で行うことを特徴とする請求の範囲第2項記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
4. (補正後) 最終圧延加工後、再結晶開始温度~1373Kの間で再結晶焼鈍し、さらにターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とする請求の範囲第2項又は第3項のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 15 5. 圧延した後、結晶均質化焼鈍又は歪取り焼鈍を行うことを特徴とする請求の範囲第4項に記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
6. (補正後) ターゲットの平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒とするこ
20 とを特徴とする請求の範囲第2項~第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリ
ングターゲットの製造方法。
7. (補正後) ターゲットの平均結晶粒径を30~60μmの微細結晶粒とするこ
とを特徴とする請求の範囲第2項~第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリ
ングターゲットの製造方法。
- 25 8. (追加) 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍し、ターゲットの平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒とすることを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法。

9. (追加) 溶解鋳造したTaインゴット又はピレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はピレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍し、ターゲットの平均結晶粒径を30~60μmの微細結晶粒とすることを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法。
10. (補正後) ターゲットの表面又は内部に筋状又は塊状の不均質なマクロ組織が存在しないことを特徴とする請求の範囲第2項~第9項のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法及び同方法によって得られたTaスパッタリングターゲット。

条約第19条（1）に基づく説明書

請求の範囲の第1項を削除した。同第2項を独立項とし、同第8項及び同第9項を独立請求項として追加した。他の項は全て同第2項又は同第8項及び同第9項に直接的又は間接的に従属する請求の範囲とした。

独立項である第2項は、鍛造と再結晶焼鈍を少なくとも2回以上繰返すTaスパッタリングターゲットに関し、これによって皺状の欠陥を効果的に減少させるものであるが、国際調査報告の文献1（JP 6-264232）に提示された発明には一切記載がない技術である。以上から、本件独立項である第2項及びこれに従属する発明は、全ては新規性及び進歩性を有する。

また、独立項である第8項及び第9項の発明は、平均結晶粒径を80μm以下、さらには30～60μmの微細結晶とするものであり、国際調査報告で提示された文献の新規性・進歩性否定の対象外である。当然のことながら、同第8項及び第9項並びにこれらに従属する発明は全て、新規性・進歩性を有する。

以上から、補正後の本件発明は全て新規性及び進歩性を有するものであり、特許性がある。

1 / 2

図 1

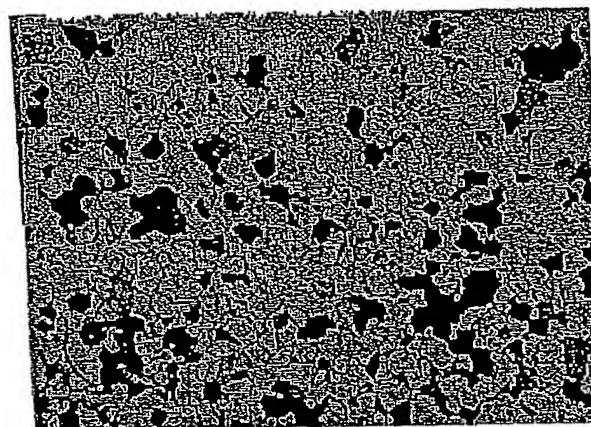
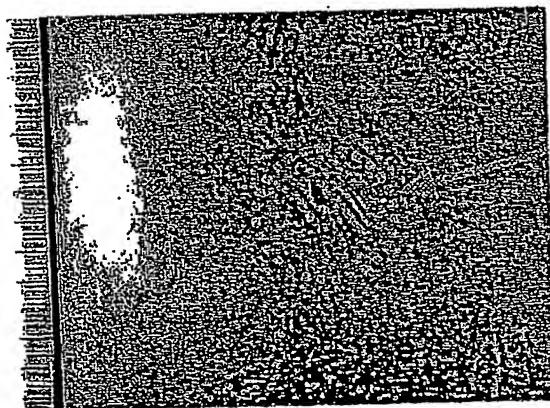
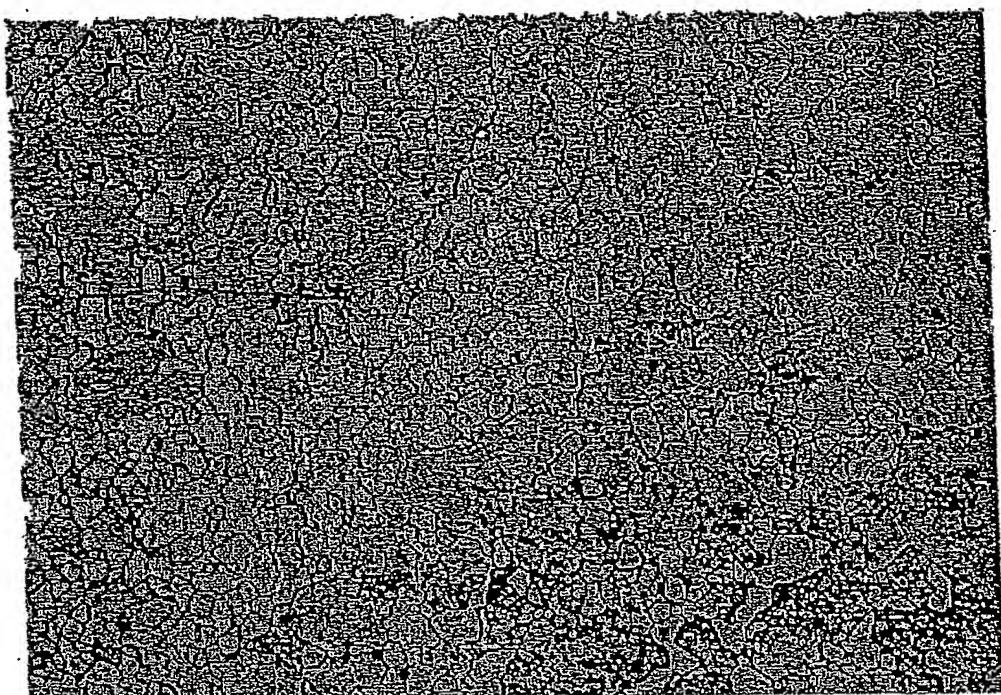


図 2



2 / 2

図 3



200μm

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/09574

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C23C14/34, C22F1/18, B21J1/02, 5/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C23C14/34, C22F1/18, B21J1/02, 5/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI/L[IC=C23C-014/34 and tantalum and target],
JOIS[(TANTARU+tantalum)*(TAGETTO+target)] (in Japanese and in English)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 6-264232 A (Nippon Mining & Metals Co., Ltd.), 20 September, 1994 (20.09.94), Full descriptions (Family: none)	1-5, 8
A	WO 99/66100 A1 (JONSON MATTHEY ELECTRONICS, INC.), 23 December, 1999 (23.12.99), Full descriptions & JP 2002-518593 A Full descriptions	1-8
A	JP 2001-271161 A (Mitsui Mining & Smelting Co., Ltd.), 02 October, 2001 (02.10.01), Full descriptions (Family: none)	1-8

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
22 October, 2003 (22.10.03)Date of mailing of the international search report
04 November, 2003 (04.11.03)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/09574

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-239835 A (Japan Energy Corp.), 05 September, 2000 (05.09.00), Full descriptions (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. C1' C23C14/34,
C22F1/18
B21J1/02, 5/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. C1' C23C14/34,
C22F1/18
B21J1/02, 5/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
日本国公開実用新案公報 1971-2003年
日本国登録実用新案公報 1994-2003年
日本国実用新案登録公報 1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WP I/L [IC=C23C-014/34 and tantalum and target]
JOIS [(タンタル+tantalum)*(ターゲット+target)]

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 6-264232 A (日鉱金属株式会社) 1994.09.20, 明細書全文 (ファミリーなし)	1-5, 8
A	WO 99/66100 A1 (JONSON MATTHEY ELECTRONICS, INC) 1999.12.23, 明細書全文& JP 2002-518593 A, 明細書全文	1-8
A	JP 2001-271161 A (三井金属鉱業株式会社) 2001.10.02, 明細書全文 (ファミリーなし)	1-8

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

22.10.03

国際調査報告の発送日

04.11.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

瀬良 聰機

4G 9046



電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		関連する 請求の範囲の番号
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	
A	JP 2000-239835 A (株式会社ジャパンエナジー) 2000.09.05, 明細書全文 (ファミリーなし)	1-8

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.